

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

## PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 02 MAY 2000	
WIPO	PCT

*FP00/1481*  
**Bescheinigung**

Die Wolff Walsrode AG in Walsrode/Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Verfahren zur Herstellung verdichteter rieselfähiger Lackrohstoffe"

am 3. März 1999 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig die Symbole C 08 B und C 09 D der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 27. Dezember 1999

**Deutsches Patent- und Markenamt**

**Der Präsident**

Im Auftrag

Zitzenzier

Aktenzeichen: 199 09 230.3

**Best Available Copy**

### Verfahren zur Herstellung verdichteter rieselfähiger Lackrohstoffe

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von verdichteter rieselfähiger wasser- oder alkoholfechter Nitrocellulose durch ein Hindurchdrücken derselben durch eine mit Löchern versehene Platte.

Niedrigveresterte Nitrocellulosen mit bis zu 12,6 % Stickstoffgehalt, die vorwiegend in der Lackindustrie Verwendung finden, werden durch Veresterung von Cellulosen mit Nitriersäuren, die gewöhnlich aus einem Gemisch von Salpetersäure, Schwefelsäure und Wasser bestehen, hergestellt.

Nachdem die Nitriersäure, meist durch intensive Wasserwäsche, entfernt und durch einen thermischen Abbauprozess die gewünschte Molmasse der Nitrocellulose eingestellt wurde, muß zur Vermeidung von Selbstentzündung die so gewonnene Nitrocellulose, die von faseriger Struktur ist, phlegmatisiert werden. Hierzu finden unterschiedliche Phlegmatisierungsmittel Verwendung.

Neben dem Einmischen von Weichmachern ist die Anfeuchtung der Nitrocellulose mit Alkoholen und/oder Wasser das gebräuchlichste Verfahren. Die Nitrocellulosen werden üblicherweise mit Feuchtigkeitsgehalten der Alkohole (wie z.B. Ethanol, Isopropanol oder Butanol) und/oder Wasser von 30 bzw. 35 % in den Handel gebracht. Wird ein Anfeuchtungsgrad von 25 % unterschritten, sind diese niedrigveresterten Nitrocellulosen aufgrund des gestiegenen Gefährdungspotentials als „Explosive Stoffe“ zu behandeln (recommendations on the Transport of Dangerous Goods, 10. Auflage der Vereinigten Nationen (1997)).

Die faserförmigen Nitrocellulosen weisen aufgrund ihrer wolleartigen Struktur Schüttgewichte im Durchschnitt zwischen 250 und 350 g/l auf. Für den Versand solcher Produkte wirkt sich die niedrige Schüttdichte ungünstig auf die Verpackungs- und Versandkosten aus. Dem begegnet man, indem die faserige Nitrocellulose in dem Verpackungsgebilde, wie z.B. einer Trommel oder einem Karton, gestampft

wird. Auf diese Weise erhöht man zwar das Schüttgewicht, verschlechtert aber gleichzeitig die Rieselfähigkeit der Nitrocellulose. Dies führt zu einem erhöhten Arbeitsaufwand beim Entleeren der Nitrocellulosegebinde.

5 Es ist ein Prozeß zur Behandlung faseriger Nitrocellulosen bekannt, um sie für den Transport und die Lagerung sicherer zu machen (GB-B-871 299). Zur Verdichtung wird auf die feuchte, faserige Nitrocellulose eine sie komprimierende Kraft  $P = 2M + 6400$  ausgeübt, wobei P die Kraft in pound per square inch und M die mittlere Faserlänge der Nitrocellulose in microns ist. Die Kraft, vorzugsweise zwischen  
10 15.000 und 17.000 psi (1.110-1.196 Kp/cm<sup>2</sup>), wird durch zwei ohne Abstand arbeitende gegenläufige Walzen aufgebracht.

Die so erhaltene, blattartige Nitrocellulose muß anschließend in einem Aggregat in kleinere Stücke gebrochen werden. Ein großer Nachteil dieses Verfahrens ist – neben  
15 den hohen Investitions- und Betriebskosten – das Entfeuchten der Nitrocellulose während der Walzenverdichtung. In der GB PS 871 299 weisen alle beispielhaft erhaltenen verdichteten Nitrocellulosen einen Anfeuchtungsgehalt unter 25 % auf und sind folglich Explosivstoffe. Die Praxis hat gezeigt, daß bei der  
20 Walzenverdichtung unter Einwirkung der hohen Drücke es zu Selbstentzündungen kommt, die eine Gefahr für Mensch und Apparatur darstellt, zumal sich im Walzenspalt immer eine größere Menge Nitrocellulose befindet.

Ein ähnliches Verfahrensprinzip wird in der US PS 5 378 826 beschrieben. Auch hier gelten die o.g. Nachteile.

25 Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es daher, ein neues Verfahren zur Herstellung verdichteter rieselfähiger Nitrocellulose zur Verfügung zu stellen, welches das Entfeuchten der Nitrocellulose vermeidet.

30 Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß verdichtete Nitrocellulose auch dadurch erhalten werden kann, daß in einem Kollergang die umlaufenden Koller

(Räder), die auf einer mit Löchern versehenen Matrize (Platte) laufen, die angefeuchtete Nitrocellulose durch die Löcher (z.B. Bohrungen) der Matrize drücken (s. Fig. 1). Der Lackrohstoff Nitrocellulose wird dadurch verdichtet. Unterhalb der Matrize ist eine Abscherrvorrichtung, mit der die granulatartigen Formlinge auf die gewünschte Länge gebracht werden. Die Querschnittsform der Formlinge wird durch die Form des Lochquerschnitts bestimmt.

Hervorzuheben ist, daß unter Einhaltung bestimmter Verfahrenspartner fast keine Entfeuchtung der eingesetzten Nitrocellulose stattfindet und diese somit nicht in den Explosivstoff-Bereich unter 25 % Anfeuchtung kommt.

In dem Kollergang läuft wenigstens 1 Koller. Üblich sind 2 Koller; es können aber auch mehr als 2 Koller sein. Dies hängt von der Größe des Aggregates und dem Durchmesser der Koller ab. Das erhaltene verdichtete Material kann hart (mit scharfen Kanten) bis weich (leicht mit den Fingern zerdrückbar) sein.

Es ist aber auch möglich, daß auf einer geraden mit Löchern versehenen Matrize ein Rad bei der Hin- und Herbewegung die angefeuchtete Nitrocellulose durch die Matrize drückt und dabei verdichtet.

Für die Konsistenz der verdichteten Nitrocellulose ist bei kreisrunden Löchern in der Matrize das Preßverhältnis P verantwortlich. P ist definiert als Verhältnis der Länge der Bohrung zum Durchmesser der Bohrung in der Matrize:

$$P = \frac{\text{Länge der Bohrung}}{\text{Durchmesser der Bohrung}}$$

Das Preßverhältnis P sollte zwischen 0,5 und 5,0, bevorzugt zwischen 0,5 und 3,0 liegen.

Es ist auch möglich, daß die Löcher in der Matrize einen quadratischen, rechteckig, ovalen oder unregelmäßig geformten Querschnitt aufweisen. Wieviele Löcher pro Flächeneinheit der Matrize vorhanden sind, hängt von der Stabilität der Matrize ab. Durch die Verdichtung ist es möglich, das Schüttgewicht der eingesetzten Nitrocellulose um ein Vielfaches zu steigern und dadurch ein freifließendes (rieselfähiges) Material zu erhalten.

Das unverdichtete Material wird über ein Dosiergerät (wie z.B. Schnecke, Band) in den Kollergang gegeben. Es ist auch möglich, den Kollergang zu inertisieren, z.B. mit Stickstoff oder Kohlendioxid. Folgende Beispiele sollen das Verfahren beschreiben, aber nicht begrenzen.

**Figur 1:**

- (1): Antriebswelle  
(2): Koller  
(3): Matrize mit Löcher  
(4): Abscherr-Vorrichtung  
(5): Gehäuse  
d: Bohrungsdurchmesser  
e: Bohrungslänge  
 $D_K$ : Kollerdurchmesser  
B: Kollerbreite  
 $D_M$ : Matrizendurchmesser

**Beispiel 1**

5 Nitrocellulose der Norm A 30, angefeuchtet mit 34,6 % Ethanol, wird kontinuierlich mit 210 kg/h in den Kollergang gegeben (Matrizendurchmesser:  $D_M = 175$  mm, Kollerdurchmesser:  $D_K = 130$  mm, Kollerbreite:  $B = 27$  mm, Kollerzahl: 2, Antriebswellendrehzahl = 150 min). Das Preßverhältnis betrug 2 (Lochdurchmesser:  $d = 6$  mm, Lochform: kreisrund, Länge der Bohrung:  $l = 12$  mm). Der Abstand der Abschervorrichtung zur Unterseite der Matrize betrug 20 mm. Die verdichtete Ware hat eine Feuchtigkeit von 34,2 % und ein Schüttgewicht von 578 g/l. Die Formlinge  
10 blieben auch nach einer achtwöchigen Lagerung in einer 110-l-Trommel rieselfähig.

**Beispiel 2 – 7**

15 Die Beispiele wurden gemäß Beispiel 1 ausgeführt. Die Versuchsparmeter sind in der Tabelle 1 zusammengestellt.

Beispiel	NC	Anfeuch- tungsmittel	Feuchte		Durchsatz	Schüttgewicht		Matrize			Antriebswellen
			vor	nach (%)		vor	nach	D	L	P	
	Normty p		(%)		Feucht-NC (kg/h)	(g/l)	(g/l)	(mm)	(mm)		Drehzahl (min <sup>-1</sup> )
1	A 30	Ethanol	34,6	34,2	210	383	578	6	12	2	150
2	E 27	Ethanol	32,4	31,5	116	253	565	6	12	2	150
3	E 22	Ethanol	32,0	31,7	130	196	556	10	20	2	150
4	E 34	Ethanol	34,1	31,9	332	438	602	10	20	2	150
5	E 24	Isopropanol	35,2	35,0	190	191	556	8	16	2	150
6	A 27	Ethanol	30,9	30,4	133	380	539	6	6	1	150
7	E 22	Ethanol	32,8	31,7	57	196	526	6	6	1	201

Patentansprüche

5 1. Verfahren zur Herstellung verdichteter rieselfähiger Lackrohstoffe auf der Basis von Nitrocellulose, dadurch gekennzeichnet, daß der wasser- oder alkoholfuchte Lackrohstoff durch eine mit Löchern versehene Matrice gedrückt wird.

10 2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Preßverhältnis P

$$P = \frac{\text{Länge der Bohrung}}{\text{Durchmesser der Bohrung}} = 0,5 - 5,0, \text{ vorzugsweise zwischen } 0,5 \text{ und } 3,0 \text{ beträgt.}$$

15 3. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Lackrohstoff durch die Matrizenlöcher mittels einem oder mehrere umlaufende Koller gedrückt wird.

20 4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Lackrohstoff durch die Matrizenlöcher mittels eines oder mehrerer oszillierender Räder gedrückt wird.

25 5. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der verdichtete Lackrohstoff unterhalb der Matrice in Stücke gewünschter Länge abgeschernt wird.

6. Verfahren zur Hersteller granulatartiger Lackrohstoffe, dadurch gekennzeichnet, daß die als Lackrohstoff eingesetzte wasserfeuchte oder alkoholfuchte Nitrocellulose einen Stickstoffgehalt  $\leq 12,6 \%$  aufweist.



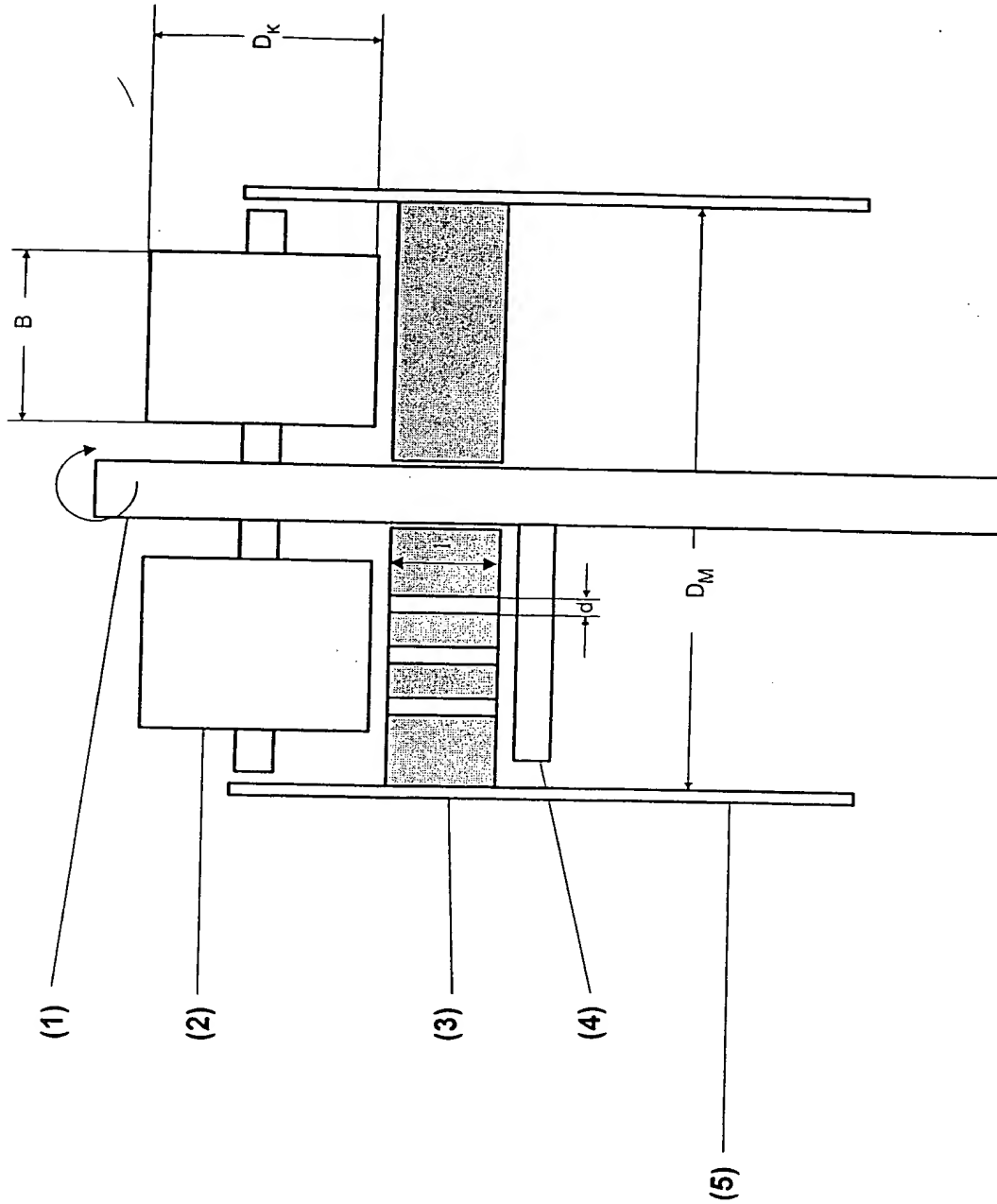
7. Verdichteter rieselfähiger Lackrohstoff auf der Basis von Nitrocellulose, erhältlich nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6.

Verfahren zur Herstellung verdichteter rieselfähiger Lackrohstoffe

Z u s a m m e n f a s s u n g

Verfahren zur Herstellung verdichteter rieselfähiger Lackrohstoffe, dadurch gekennzeichnet, daß der wasser- oder alkoholfuchte Lackrohstoff durch eine mit Löchern versehene Matrize gedrückt wird.

Fig.1



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER: \_\_\_\_\_**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**